

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-194291
(43)Date of publication of application : 10.07.2002

(51)Int.Cl.

C09D201/00
C03C 17/22
C09D 5/32
C09D 7/12
G02B 5/22

(21)Application number : 2000-391685

(71)Applicant : SUMITOMO METAL MINING CO LTD

(22)Date of filing : 22.12.2000

(72)Inventor : NAGANAMI TAKESHI
KUNO HIROKO

(54) METHOD FOR PREPARING COATING FLUID FOR FORMING INSULATION SHIELDING FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for preparing a coating fluid for forming an insulation shielding film which can simply prepare a coating fluid for forming the insulation shielding film.

SOLUTION: The method for preparing a coating fluid for forming an insulation shielding film containing fine particles of a hexaboride and fine particles of indium tin oxide or fine particles of antimony tin oxide comprises mixing the fine particles of a hexaboride with the fine particles of indium tin oxide and/or the fine particles of antimony tin oxide which have a powder color L* of 30-80, an a* of -10 to -0.1, and a b* of -15 to -1 in the L*a*b* color space and an average particle diameter of ≤ 100 nm so as to render the weight ratio of the fine particles of a hexaboride to the fine particles of indium tin oxide and/or the fine particles of antimony tin oxide in the range of 0.1:99.9 to 90:10 and then dispersing the resulting mixture into a solvent and a binder. Since the fine particles of a hexaboride and the fine particles of indium tin oxide and the like are previously mixed and subsequently dispersed in the solvent and the binder, the coating fluid can simply be prepared compared to the multi-pack mixing system including the conventional two-pack mixing system.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-194291

(P2002-194291A)

(43) 公開日 平成14年7月10日 (2002.7.10)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 9 D 201/00		C 0 9 D 201/00	2 H 0 4 8
C 0 3 C 17/22		C 0 3 C 17/22	4 G 0 5 9
C 0 9 D 5/32		C 0 9 D 5/32	4 J 0 3 8
	7/12	7/12	
G 0 2 B 5/22		G 0 2 B 5/22	
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-391685(P2000-391685)

(22) 出願日 平成12年12月22日 (2000. 12. 22)

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72) 発明者 長南 武

千葉県市川市中国分3丁目18番5号 住友
金属鉱山株式会社中央研究所内

(72) 発明者 久野 裕子

千葉県市川市中国分3丁目18番5号 住友
金属鉱山株式会社中央研究所内

(74) 代理人 100095223

弁理士 上田 章三

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 日射遮蔽膜形成用塗布液を簡便に調製できる日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法を提供すること。

【解決手段】 6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子またはアンチモン錫酸化物微粒子とを含有する日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法であって、6ホウ化物微粒子と、 $L^*a^*b^*$ 表色系における粉体色 L^* が30～80、 a^* が-10～-0.1、 b^* が-15～-1である平均粒径100nm以下のインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、重量比で0.1:99.9～90:10の範囲となるように混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させることを特徴とする。6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子などを事前に混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させているため、従来の2液など多液混合方式と較べ上記塗布液を簡便に調製できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子とを含有する日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法において、上記6ホウ化物微粒子と、 $L^*a^*b^*$ 表色系における粉体色 L^* が30～80、 a^* が-10～-0.1、 b^* が-15～-1である平均粒径100nm以下のインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、重量比で0.1：99.9～90：10の範囲となるように混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させることを特徴とする日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法。

【請求項2】 上記6ホウ化物微粒子が、 XB_n ($X=Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sr$ または Ca)で表されるものの内の1種以上の微粒子であることを特徴とする請求項1記載の日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、車両、ビル、事務所、一般住宅などの窓材、電話ボックス、ショーウィンドー、照明用ランプ、透明ケースなど、日射遮蔽機能が必要とするガラス、プラスチックなどの透明基材に塗布して日射遮蔽膜を形成するための日射遮蔽膜形成用塗布液に係り、特に、可視光領域の反射率が低くて赤外線領域の反射率が高く、かつ、膜の導電性が概ね $10^6\Omega/\square$ 以上に制御可能な日射遮蔽膜を形成できる日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、太陽光や電球など外部光源からの熱成分を除去・減少させる日射遮蔽膜として、有機系の近赤外線吸収剤が添加された樹脂フィルム、あるいは、ガラスなどの表面に形成され可視・赤外域の光を反射する金属酸化物や金属材料から成る無機系皮膜が知られている。

【0003】 そして、上記樹脂フィルムに添加される代表的な近赤外線吸収剤として、フタロシアニン系や金属錯体系などが利用され、また、上記無機系皮膜の材料として、 $FeOx$ 、 $CoOx$ 、 $CrOx$ 、 $TiOx$ などの金属酸化物や Ag 、 Au 、 Cu 、 Ni 、 Al （アルミニウム）などのような自由電子を多量にもつ金属材料が選択されている。

【0004】 ところで、従来の上記無機系皮膜では、熱効果に大きく寄与する近赤外線以外に、可視域の光も同時に反射若しくは吸収する性質があるため、無機系皮膜の日射遮蔽機能を高くするためその膜厚を厚く設定すると無機系皮膜が暗くなり、かつ、鏡のようなガラガラした外観を与えて美観を損ねてしまうと共に、可視光透過率が低下してしまう欠点があった。

【0005】 そして、住宅、ビル、車両、電話ボックスなどに適用される透明基材では可視光領域の高い透過率が必要とされるため、従来の上記無機系皮膜を非常に薄く形成するという操作が必要となる。従って、スプレー焼付け法、CVD法、スパッタ法、真空蒸着法などの物理的成膜法を用いて10nmレベルという極めて薄い膜を成膜しなければならなかった。このため、大掛かりな装置や真空設備を必要とし、また、生産性や大面積化に問題があることから無機系皮膜の製造コストが高いといった欠点があった。

【0006】 更に、上述した $FeOx$ 、 $CoOx$ などの金属酸化物や Ag 、 Au などの金属材料から成る無機系皮膜では膜の導電性が高くなるものが多く、携帯電話やTV、ラジオなどの電波を反射して受信不能になったり、周辺地域に電波障害を引起すなどの欠点があった。

【0007】 尚、可視光透過率が高かつ日射遮蔽機能を有する他の無機系材料としては、アンチモン含有酸化錫（ATO）や錫含有酸化インジウム（ITO）も知られている。これ等の材料は可視光反射率が比較的強くガラガラした外観を与えることはないが、プラズマ波長が近赤外域の比較的長波長側にあって可視光に近い近赤外域におけるこれ等の膜の反射・吸収効果が十分でないことから上記日射遮蔽機能が不十分であった。

【0008】 他方、有機系の近赤外線吸収剤が添加された上記樹脂フィルムでは、無機系の材料に較べて熱や湿度による劣化が著しく、耐候性に致命的な欠点があった。また、可視光透過率を高くしようすると日射遮蔽特性が低下し、逆に日射遮蔽特性を高くすると可視光透過率が低下してしまう欠点があった。

【0009】 この様な技術的背景の下、本出願人は、上述した従来の欠点を解決し、膜の物理特性として可視光領域の透過率が高く赤外線領域の透過率が低く、かつ、膜の導電性が概ね $10^6\Omega/\square$ 以上に制御可能な膜を形成できる日射遮蔽膜形成用塗布液を既に提案している。

【0010】 すなわち、この日射遮蔽膜形成用塗布液は、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、重量比で0.1：99.9～90：10の範囲で含有することを特徴とするものであった（特開2000-169765号公報参照）。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子とを含有する日射遮蔽膜形成用塗布液を調製する場合、事前に6ホウ化物微粒子が分散された6ホウ化物微粒子分散液と、インジウム錫酸化物微粒子などが分散された錫酸化物微粒子分散液とを別々に準備しておき、上記日射遮蔽膜形成用塗布液を使用する直前において、6ホウ化物微粒子分散液と錫酸化物微粒

子分散液とを所定の割合で混合することにより調製している(特開2000-169765号公報参照)。

【0012】従って、6ホウ化物微粒子分散液と錫酸化物微粒子分散液の2液混合タイプであるため、作業性や生産性に劣る問題点を有していた。

【0013】尚、2液混合方式が採られている理由は、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子などを予め混ぜた状態で溶媒およびバインダー中に分散させて保存した場合、分散時間の違いによってこれ等微粒子の分散性が害されて日射遮蔽膜形成用塗布液が経時劣化し、短時間で利用できなくなると考えられていたためであった。

【0014】本発明はこの様な問題点に着目してなされたもので、その課題とするところは、上記日射遮蔽膜形成用塗布液を簡便に調製できる日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法を提供することにある。

【0015】

【課題を解決するための手段】そこで、上記課題を解決するため本発明者等は以下のような実験を試みた。

【0016】まず、6ホウ化物微粒子と特定の粉体色を有するインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子とを所定の重量割合で混合した後、これ等を分散、インク化して日射遮蔽膜形成用塗布液を調製し、この日射遮蔽膜形成用塗布液の経時変化を調べたところ、当初の予想に反し6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子の分散安定性には特に問題がないことが確認された。

【0017】また、この様にして調製した日射遮蔽膜形成用塗布液を用いて形成された日射遮蔽膜の光学特性は、可視光領域に透過率の極大を持つと共に可視光領域に近い近赤外域に強いプラズマ吸収を発現して透過率の極小を持つことから、特開2000-169765号公報記載の6ホウ化物微粒子分散液と錫酸化物微粒子分散液の2液混合タイプで調製された日射遮蔽膜形成用塗布液を用いて形成された日射遮蔽膜と同等であることも確認された。

【0018】本発明はこの様な技術的確認を経て完成されたものである。

【0019】すなわち、請求項1に係る発明は、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子とを含有する日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法を前提とし、上記6ホウ化物微粒子と、 $L \cdot a \cdot b$ 表色系における粉体色 L^* が30~80、 a^* が-10~-0.1、 b^* が-15~-1である平均粒径100nm以下のインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、重量比で0.1:99.9~90:10の範囲となるように混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させることを特徴とし、請求項2に係る発明は、請求項1記載の発明に係る

日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法を前提とし、上記6ホウ化物微粒子が、 XB_6 ($X=Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sr$ または Ca)で表されるものの内の1種以上の微粒子であることを特徴とする。

【0020】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について具体的に説明する。

【0021】本発明において使用される6ホウ化物には、 $YB_6, LaB_6, CeB_6, PrB_6, NdB_6, SmB_6, EuB_6, GdB_6, TbB_6, DyB_6, HoB_6, ErB_6, TmB_6, YbB_6, LuB_6, SrB_6$ および CaB_6 が挙げられる。

【0022】これ等6ホウ化物微粒子は、暗い青紫色や緑色などの粉末である。しかし、可視光波長に較べて粒径が十分小さい微粒子を薄膜中に分散させた状態においては、赤外光遮蔽能を維持した状態で膜に可視光透過性が生じる。これは、これ等材料が自由電子を多く保有し、微粒子内部および表面の自由電子プラズモンによるプラズマ周波数がちょうど可視~近赤外の付近にあるため、この波長領域の熱線が選択的に反射・吸収されるためと考えられる。

【0023】また、これら6ホウ化物微粒子の分散膜は、透過率が波長400~700nmの間に極大値をもち、かつ、波長700~1800nmの間に極小値をもつ。可視光波長が380~780nmであり、視感度が550nm付近をピークとする釣鐘型であることを考慮すると、この様な膜では可視光を有効に透過し、それ以外の日射を有効に吸収・反射する。

【0024】次に、本発明において使用されるインジウム錫酸化物微粒子またはアンチモン錫酸化物微粒子は、可視光領域で光の吸収・反射がほとんどなく、1000nm以上の領域でプラズモン共鳴に由来する反射・吸収が大きい。これ等の透過プロファイルは、近赤外領域で長波長側に向かうに従って右下がりとなる。

【0025】一方、6ホウ化物微粒子の透過プロファイルは1000nm付近にボトムをもち、それより長波長側では徐々に右上がりを示す。このため、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子とを併せて使用することで、可視光透過率は減少させずに近赤外領域の太陽光線を遮蔽することが可能となり、それぞれ単独で使用するよりも日射遮蔽特性が向上する。

【0026】また、6ホウ化物微粒子の単位重量あたりの日射遮蔽能力は非常に高く、インジウム錫酸化物微粒子またはアンチモン錫酸化物微粒子と比較して10分の1以下の使用量でその効果を発揮する。更に、インジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子と併用することで、一定の可視光透過率を維持しながら日射遮蔽特性のみを向上させることができ、コスト

も削減できる。また、全微粒子の使用量を大幅に削減できるので、日射遮蔽膜の耐摩耗強度や耐候性を向上させることができる。また、6ホウ化物微粒子は使用量を増すと、可視光領域に吸収があるため、その添加量を制限することで可視光領域の吸収を自由に制御でき、明るさ調整やプライバシー保護などへの応用も可能となる。

【0027】ここで、6ホウ化物微粒子の粒径は200 nm以下がよく、好ましくは100 nm以下がよい。粒径が200 nmを超えると分散液中の微粒子同士の凝集が強くなって沈降原因となる。また、粒径が200 nmを超える微粒子若しくは凝集した粗大粒子は、塗膜後の膜の光散乱源となって日射遮蔽膜が曇ってしまうからである。

【0028】一方、インジウム錫酸化物微粒子は、光学特性の観点から国際照明委員会(CIE)で規格化された $L^*a^*b^*$ 表色系(JIS Z 8729)における粉体色 L^* が30~80、 a^* が-10~-0.1、 b^* が-15~-1であることを要する(請求項1)。また、インジウム錫酸化物微粒子における元素換算での錫含有量は1~15重量%が好ましい。1重量%未満では錫の添加効果がみられず、他方、15重量%を越えると錫の固溶が不十分となるからである。また、アンチモン錫酸化物微粒子における元素換算でのアンチモン含有量は、1~10重量%が好ましい。また、インジウム錫酸化物微粒子またはアンチモン錫酸化物微粒子の平均粒径は、いずれも100 nm以下であることを要する(請求項1)。100 nmを超えると光散乱源となって膜に曇り(ヘイズ)を生じたり、可視光透過率が減少する原因となるので好ましくない。尚、ここでは粒子の大きさを平均粒径で表しているが、特に100 nmを超えるような粗粉の割合が少なく粒度分布の狭い微粒子が好ましく、かつ、経済的に入手可能な最低の粒径は2 nm程度の微粒子であるが、上記粒径の下限をこれに限定するものではない。

【0029】そして、本発明は、上記6ホウ化物微粒子と、 $L^*a^*b^*$ 表色系における粉体色 L^* が30~80、 a^* が-10~-0.1、 b^* が-15~-1である平均粒径100 nm以下のインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、光学特性とコスト削減の観点から重量比で0.1:99.9~90:10の範囲となるように混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させて日射遮蔽膜形成用塗布液を調製することを特徴とする。

【0030】ここで、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子との混合方法は、これ等微粒子を均一に混合できれば特に限定されず、公知の混合方法が採用できる。

【0031】次に、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子との均一混合物が分散される溶媒は特に限定されるもので

はなく、塗布条件、塗布環境、および、併用するバインダーに合わせて適宜選択される。例えば、水、エタノール、プロパノール、ブタノール、イソプロピルアルコール、イソブチルアルコール、ジアセトンアルコール等のアルコール類、メチルエーテル、エチルエーテル、プロピルエーテルなどのエーテル類、エステル類、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、シクロヘキサン、イソブチルケトンなどのケトン類といった各種の有機溶媒が使用でき、また、必要に応じて酸やアルカリ物質を添加してpH調整してもよい。更に、日射遮蔽膜形成用塗布液中における微粒子の分散安定性を一層向上させるために各種の界面活性剤、カップリング剤などの添加も無論可能である。

【0032】この日射遮蔽膜形成用塗布液を用いて膜形成したときの日射遮蔽膜の導電性は、上記6ホウ化物微粒子やインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子の接触個所を経由した導電パスに沿って行われるため、例えば、上記界面活性剤やカップリング剤の量を加減することで導電パスを部分的に切断することができ、導電性を $10^8 \Omega/\square$ 以上の表面抵抗値へ低下させることは容易である。また、以下に述べるバインダーの含有量の加減によっても導電性を制御することができる。

【0033】上記バインダーの種類は特に限定されるものではないが、珪素、ジルコニウム、チタン、若しくはアルミニウムの金属アルコキシドやこれ等の部分加水分解縮重合物、あるいはオルガノシラザンなどの無機バインダー、アクリル樹脂などの熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂などの熱硬化性樹脂、紫外線硬化樹脂、電子線硬化樹脂、常温硬化樹脂などの樹脂バインダーが利用できる。

【0034】尚、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および/またはアンチモン錫酸化物微粒子との均一混合物についての上記溶媒への分散方法は、塗布液中に均一に分散できる方法であれば特に限定されず、例えば、ビーズミル、ボールミル、サンドミル、ペイントシェーカー、超音波ホモジナイザーなどを挙げることができる。

【0035】本発明に係る日射遮蔽膜形成用塗布液が塗布される透明基材には、ガラス、透明樹脂などの板、フィルムなどが用いられる。透明樹脂フィルム基材の代表には、ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムが挙げられるが、用途に適した樹脂フィルムを選択すればよい。樹脂フィルム基材は一般的に透過性があり、散乱の少ない無色透明の樹脂が適しており、例えば、ポリカーボネート系、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系、環状オレフィン系、飽和ポリエステル系の樹脂や、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニルなどが挙げられる。

【0036】そして、本発明に係る日射遮蔽膜形成用塗布液で形成される日射遮蔽膜は、上記透明基材上に6ホ

ウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子が高密度に堆積して膜形成するものである。この日射遮蔽膜形成用塗布液中に含まれる上記バインダーは、塗布、硬化後に6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子の透明基材への密着性を向上させるが、必要に応じて SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 Al_2O_3 、 MgO などの微粒子を上記塗布液に添加すると、可視光透過率を低下させずに更に膜の硬度を向上させる効果がある。この際、 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 Al_2O_3 、 MgO などの微粒子の粒径は200nm以下がよく、好ましくは100nm以下がよい。これ等の微粒子は、湿式法により調製された200nm以下のコロイドゾルが使用できる。

【0037】ここで、上記日射遮蔽膜形成用塗布液の塗布方法は特に限定されるものではない。例えば、スピンコート法、パーコート法、スプレーコート法、ディップコート法、スクリーン印刷法、ロールコート法、流し塗りなど、日射遮蔽膜形成用塗布液を平坦かつ薄く均一に塗布できる方法であればいずれの方法でもよい。

【0038】次に、バインダーとして、珪素、ジルコニウム、チタン若しくはアルミニウムの金属アルコキシドやこれ等の部分加水分解縮重合物などの無機バインダーが適用された日射遮蔽膜形成用塗布液の塗布後の透明基材に対する加熱温度は、100℃未満では塗膜中に含まれる金属アルコキシドまたはこれ等の部分加水分解縮重合物の重合反応が未完結で残る場合が多く、また、水や有機溶媒が膜中に残留して加熱後の膜の可視光透過率の低減の原因となるので100℃以上が好ましく、更に好ましくは日射遮蔽膜形成用塗布液中に含まれる溶媒の沸点以上の条件で加熱するとよい。また、バインダーとして上記樹脂バインダーが適用された場合は、それぞれの硬化方法に従って硬化させればよい。例えば、紫外線硬化樹脂であれば紫外線を適宜照射すればよく、また、常温硬化樹脂であれば塗布後そのまま放置しておけばよい。このため、既存の窓ガラスなどへの現場での塗布作業が可能である。

【0039】本発明に係る日射遮蔽膜形成用塗布液で形成された日射遮蔽膜は、6ホウ化物微粒子とインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子が膜内に分散状態にある。このため、物理成膜法により形成された酸化物薄膜のように結晶が緻密に膜内を埋めた鏡面状表面をもつ膜に較べると、可視光領域での反射が少なく、キラキラした外観を呈することが回避できる。その一方で、上述したように可視から近赤外域にプラズマ周波数をもつため、これに伴うプラズマ反射が近赤外域で大きくなる。また、可視光領域の反射を更に抑制したい場合には、微粒子分散膜の上に、 SiO_2 や MgF_2 のような低屈折率の膜を成膜することによって容易に視感反射率1%以下の多層膜を得ることができる。

また、本発明に係る日射遮蔽膜形成用塗布液は、焼成時の熱による塗布成分の分解あるいは化学反応を利用して目的の日射遮蔽膜を形成するものでないため、特性の安定した均一な膜厚の透過膜を形成することができる。

【0040】このように本発明に係る日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法によれば、6ホウ化物微粒子と、特定の粉体色を有する平均粒径100nm以下のインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、重量比で0.1:99.9~90:10の範囲となるように混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させて製造するため、従来における2液などの多液混合方式にて日射遮蔽膜形成用塗布液を製造する方法に較べて日射遮蔽膜形成用塗布液の製造作業の簡便化が図れると共に、日射遮蔽効果を発揮する日射遮蔽膜を高効率かつ低コストで形成することが可能となる。

【0041】また、6ホウ化物微粒子、インジウム錫酸化物微粒子およびアンチモン錫酸化物微粒子などは無機材料であるため有機材料と較べて耐候性が非常に高く、例えば、太陽光線（紫外線）の当たる部位に使用しても色や諸機能の劣化がほとんど生じない効果を有する。

【0042】

【実施例】以下、本発明の実施例について具体的に説明する。但し、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0043】また、各実施例並びに比較例で得られた日射遮蔽膜の可視光透過率や日射透過率および微粒子の色彩（標準光源C、10°視野）は、日立製作所（株）製の分光光度計U-4000を用いて測定した。また、ヘイズ値は村上色彩技術研究所（株）製のHR-200を用いて測定した。また、膜評価においては、線径の異なる2種ないし3種のパーコーターで成膜し、これらにより得られる膜厚の異なる2種ないし3種類の膜の可視光透過率、日射透過率、ヘイズ値をそれぞれ測定し、これらの2点ないし3点プロットからの内挿値として、可視光透過率72%のときの日射透過率およびヘイズ値を求めた。

【0044】【実施例1】錫含有量10重量%、残留不純物量0.7重量%、平均粒径0.03μmで、国際照明委員会（CIE）で規格化された $L^*a^*b^*$ 表色系（JIS Z 8729）における粉体色 L^* が59.935、 a^* が-5.905、 b^* が-8.589のインジウム錫酸化物微粒子〔住友金属鉱山（株）社製〕と、平均粒径0.09μmのホウ化ランタン微粒子との混合割合を重量比で98:2とし、30分混合した。

【0045】次に、上記混合微粒子20重量%、メチルイソブチルケトン63.3重量%、分散剤16.7重量%、および、充填率63%相当の0.3mmジルコニアビーズをペイントシェーカーで24時間分散した。

【0046】次に、この分散液67.5重量%、バインダーとしてメチルイソブチルケトンに溶解したアクリル

樹脂溶液 27.5 重量%、および、硬化剤 5 重量%から成る実施例 1 に係る日射遮蔽膜形成用塗布液を調製し、この日射遮蔽膜形成用塗布液を、パーコーター、No. 40、No. 24、No. 6 でそれぞれ 100mm×100mm×3mm のソーダライムガラス基材に塗布した後、180℃で 1 時間焼成して日射遮蔽膜 a を得た。この日射遮蔽膜 a の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) を表 1 に示す。

【0047】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 1 に係る日射遮蔽膜 a の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 40.1%、0.52% であった。

【0048】【実施例 2】上記インジウム錫酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で 9:1 とした以外は実施例 1 と同様にして実施例 2 に係る日射遮蔽膜 b を得た。この日射遮蔽膜 b の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0049】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 2 に係る日射遮蔽膜 b の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 39.9%、0.60% であった。

【0050】【実施例 3】上記インジウム錫酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で 9:7:3 とした以外は実施例 1 と同様にして実施例 3 に係る日射遮蔽膜 c を得た。この日射遮蔽膜 c の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0051】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 3 に係る日射遮蔽膜 c の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 40.1%、0.57% であった。

【0052】【実施例 4】上記インジウム錫酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で 9:4:6 とした以外は実施例 1 と同様にして実施例 4 に係る日射遮蔽膜 d を得た。この日射遮蔽膜 d の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0053】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 4 に係る日射遮蔽膜 d の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 41.2%、0.63% であった。

【0054】【実施例 5】上記インジウム錫酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で 9:2:8 とした以外は実施例 1 と同様にして実施例 5 に係る日射遮蔽膜 e を得た。この日射遮蔽膜 e の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0055】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 5 に係る日射遮蔽膜 e の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 41.8%、0.60% であった。

【0056】【実施例 6】上記ホウ化ランタン微粒子に代えて平均粒径 0.085 μm のホウ化セリウム微粒子

を適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 6 に係る日射遮蔽膜 f を得た。この日射遮蔽膜 f の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0057】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 6 に係る日射遮蔽膜 f の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 40.9%、0.66% であった。

【0058】【実施例 7】上記ホウ化ランタン微粒子に代えて平均粒径 0.085 μm のホウ化プラセオジウム微粒子を適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 7 に係る日射遮蔽膜 g を得た。この日射遮蔽膜 g の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0059】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 7 に係る日射遮蔽膜 g の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 41.3%、0.57% であった。

【0060】【実施例 8】上記ホウ化ランタン微粒子に代えて平均粒径 0.085 μm のホウ化イットリウム微粒子を適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 8 に係る日射遮蔽膜 h を得た。この日射遮蔽膜 h の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0061】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 8 に係る日射遮蔽膜 h の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 40.1%、0.57% であった。

【0062】【実施例 9】上記ホウ化ランタン微粒子に代えて平均粒径 0.085 μm のホウ化ネオジウム微粒子を適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 9 に係る日射遮蔽膜 i を得た。この日射遮蔽膜 i の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) も表 1 に示す。

【0063】そして、この表 1 から確認されるように、実施例 9 に係る日射遮蔽膜 i の日射透過率 (%) とヘイズ値 (%) は、それぞれ 42.0%、0.51% であった。

【0064】【実施例 10】実施例 1 と同様のインジウム錫酸化物微粒子【住友金属鉱山 (株) 社製】と、平均粒径 0.09 μm のホウ化ランタン微粒子との混合割合を重量比で 98:2 とし、30 分混合した。

【0065】次に、上記混合微粒子 20 重量%、メチルイソブチルケトン 60 重量%、分散剤 20 重量%、および、充填率 70% 相当の 0.3mm ジルコニアビーズをペイントシェーカーで 24 時間分散した。

【0066】次に、この分散液 65.2 重量%、バインダーとしてメチルイソブチルケトンに溶解したアクリル樹脂溶液 34.8 重量%から成る実施例 10 に係る日射遮蔽膜形成用塗布液を調製し、この日射遮蔽膜形成用塗布液を、パーコーター、No. 24、No. 12 でそれぞれ 50 μm の PET フィルム基材に塗布した後、100℃で 30 秒乾燥し、かつ、紫外線を 30 秒照射して日射遮蔽膜 j を得た。この日射遮蔽膜 j の日射透過率

(%)とヘイズ値(%)も表1に示す。

【0067】そして、表1から確認されるように実施例10に係る日射遮蔽膜jの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ44.9%、1.80%であった。

【0068】【実施例11】上記ホウ化ランタン微粒子に代えて平均粒径0.085 μ mのホウ化セリウム微粒子を適用した以外は実施例10と同様にして実施例11に係る日射遮蔽膜kを得た。この日射遮蔽膜kの日射透過率(%)とヘイズ値(%)も表1に示す。

【0069】そして、表1から確認されるように実施例11に係る日射遮蔽膜kの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ41.1%、0.60%であった。

【0070】【実施例12】アンチモン含有量8重量%、平均粒径0.05 μ mのアンチモン錳酸化物微粒子と、平均粒径0.09 μ mのホウ化ランタン微粒子との混合割合を重量比で94:6とし、30分混合した。

【0071】次に、上記混合微粒子20重量%、メチルイソブチルケトン63.3重量%、分散剤16.7重量%、および、充填率63%相当の0.3mmジルコニアビーズをベイントシェーカーで24時間分散した。

【0072】次に、この分散液65.2重量%、バインダーとしてメチルイソブチルケトンに溶解したアクリル樹脂溶液34.8重量%から成る実施例12に係る日射遮蔽膜形成用塗布液を調製し、この日射遮蔽膜形成用塗布液を、パーコーター、No. 24、No. 12でそれぞれ50 μ mのPETフィルム基材に塗布した後、100℃で30秒乾燥し、かつ、紫外線を30秒照射して日射遮蔽膜lを得た。この日射遮蔽膜lの日射透過率

(%)とヘイズ値(%)も表1に示す。

【0073】そして、表1から確認されるように実施例12に係る日射遮蔽膜lの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ51.7%、1.85%であった。

【0074】【実施例13】上記アンチモン錳酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で99:1とした以外は実施例12と同様にして実施例13に係る日射遮蔽膜mを得た。この日射遮蔽膜mの日射透過率(%)とヘイズ値(%)も表1に示す。

【0075】そして、表1から確認されるように実施例13に係る日射遮蔽膜mの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ54.0%、1.70%であった。

【0076】【実施例14】上記アンチモン錳酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で90:10とした以外は実施例12と同様にして実施例14に係る日射遮蔽膜nを得た。この日射遮蔽膜nの日射透過率(%)とヘイズ値(%)も表1に示す。

【0077】そして、表1から確認されるように実施例14に係る日射遮蔽膜nの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ51.0%、1.87%であった。

【0078】【比較例1】錳含有量10重量%、残留不純物量0.7重量%、平均粒径0.03 μ mで、国際照

明委員会(CIE)で規格化されたL*a*b*表色系

(JIS Z 8729)における粉体色L*が59.935、a*が-5.905、b*が-8.589のインジウム錳酸化物微粒子[住友金属鉱山(株)社製]20重量%、メチルイソブチルケトン63.3重量%、分散剤16.7重量%、および、充填率70%相当の0.3mmジルコニアビーズをベイントシェーカーで24時間分散して錳酸化物微粒子分散液(分散液A)を調製した。

【0079】また、平均粒径0.09 μ mのホウ化ランタン微粒子13重量%、トルエン74重量%、分散剤13重量%、および、充填率85%相当の0.3mmジルコニアビーズを容器に充填し、ビーズミルで10時間分散して6ホウ化物微粒子分散液(分散液B)を調製した。

【0080】次に、錳酸化物微粒子分散液(分散液A)と6ホウ化物微粒子分散液(分散液B)を、インジウム錳酸化物微粒子とホウ化ランタン微粒子との混合割合が重量比で98:2となるようにメチルイソブチルケトンで希釈して充分混合した。

【0081】次に、上記2液混合した分散液67.5重量%、バインダーとしてメチルイソブチルケトンに溶解したアクリル樹脂溶液27.5重量%、および、硬化剤5重量%から成る比較例1に係る日射遮蔽膜形成用塗布液を調製し、この日射遮蔽膜形成用塗布液を、パーコーター、No. 40、No. 24、No. 6でそれぞれ100mm×100mm×3mmのソーダライムガラス基材に塗布した後、180℃で1時間焼成して日射遮蔽膜oを得た。この日射遮蔽膜oの日射透過率(%)とヘイズ値(%)を表1に示す。

【0082】そして、表1から確認されるように比較例1に係る日射遮蔽膜oの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ39.2%、0.45%であった。

【0083】【比較例2】錳含有量10重量%、残留不純物量0.7重量%、平均粒径0.03 μ mで、国際照明委員会(CIE)で規格化されたL*a*b*表色系

(JIS Z 8729)における粉体色L*が85.144、a*が-4.408、b*が25.409のインジウム錳酸化物微粒子[住友金属鉱山(株)社製]を用いた以外は実施例1と同様にして比較例2に係る日射遮蔽膜pを得た。この日射遮蔽膜pの日射透過率(%)とヘイズ値(%)も表1に示す。

【0084】そして、この表1から確認されるように、比較例2に係る日射遮蔽膜pの日射透過率(%)とヘイズ値(%)は、それぞれ48.0%、2.52%であった。

【0085】すなわち、インジウム錳酸化物微粒子のL*a*b*表色系における粉体色L*が30~80、b*が-15~-1の各要件を欠いているため、ヘイズ値(%)が2.52%とかなり高い膜になってしまうことが確認される。

【0086】

【表 1】

		可視光透過率 72% 固定	
		日射透過率 (%)	ヘイズ値 (%)
実施例 1	膜 a	40.1	0.52
実施例 2	膜 b	39.9	0.60
実施例 3	膜 c	40.1	0.57
実施例 4	膜 d	41.2	0.63
実施例 5	膜 e	41.8	0.60
実施例 6	膜 f	40.9	0.66
実施例 7	膜 g	41.3	0.57
実施例 8	膜 h	40.1	0.57
実施例 9	膜 i	42.0	0.51
実施例 10	膜 j	44.9	1.80
実施例 11	膜 k	41.1	0.60
実施例 12	膜 l	51.7	1.85
実施例 13	膜 m	54.0	1.70
実施例 14	膜 n	51.0	1.87
比較例 1	膜 o	39.2	0.45
比較例 2	膜 p	48.0	2.52

* * 【0087】

【発明の効果】請求項 1～2 記載の発明に係る日射遮蔽膜形成用塗布液の製造方法によれば、6 ホウ化物微粒子と、特定の粉体色を有する平均粒径 100 nm 以下のインジウム錫酸化物微粒子および／またはアンチモン錫酸化物微粒子とを、重量比で 0.1 : 99.9 ~ 90 : 10 の範囲となるように混合した後、溶媒およびバインダー中に分散させて製造するため、従来における 2 液などの多液混合方式にて日射遮蔽膜形成用塗布液を製造する方法に較べて日射遮蔽膜形成用塗布液の製造作業の簡便化が図れると共に、日射遮蔽効果を発揮する日射遮蔽膜を高効率かつ低コストで形成することが可能となる。

10

フロントページの続き

Fターム(参考) 2H048 CA05 CA12 CA17

4G059 AA01 AC06 FA07 FA15 FA28

30

4J038 CG001 DB001 DL031 DM021

HA216 HA476 KA06 KA08

NA19 PB05 PC03 PC08